

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06138690 A**(43) Date of publication of application: **20.05.94**(51) Int. Cl. **G03G 9/08**(21) Application number: **04290085**(22) Date of filing: **28.10.92**(71) Applicant: **KAO CORP**(72) Inventor: **SATA SHINICHI
MARUTA MASAYUKI**(54) **NONMAGNETIC ONE-COMPONENT TONER**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a toner excellent in developing property and stability for a long time for a nonmagnetic one-component developing method, and to stably provide copy picture images of high quality with proper picture image density and no fog without deteriorating members of a developing machine by using this toner.

CONSTITUTION: This nonmagnetic one-component toner

is electrified when the toner is pressed with a contact pressing member, and is used for development. This toner shows 215% aggregation degree after the toner is pressed at $1.0 \times 10^5 \text{ N.m}^{-2}$ pressure. The aggregation degree is defined as the sum of the following calculation (a), (b), and (c). (a) toner (wt.%) remaining on a sieve of $250 \mu\text{m}$ mesh $\times 1$, (b) toner (wt.%) remaining on a sieve of $149 \mu\text{m}$ mesh $\times 0.6$, (c) toner (wt.%) remaining on a sieve of $74 \mu\text{m}$ mesh $\times 0.2$.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3002063号
(P3002063)

(45) 発行日 平成12年1月24日 (2000. 1. 24)

(24) 登録日 平成11年11月12日 (1999. 11. 12)

(51) Int. Cl.⁷

識別記号

F I

G 0 3 G 9/08

G 0 3 G 9/08

請求項の数 1 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平4-290085

(22) 出願日 平成4年10月28日 (1992. 10. 28)

(65) 公開番号 特開平6-138690

(43) 公開日 平成6年5月20日 (1994. 5. 20)

審査請求日 平成10年6月30日 (1998. 6. 30)

(73) 特許権者 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 佐多 晋一

和歌山市西浜1130

(72) 発明者 丸田 将幸

大阪府阪南市貝掛102-29

(74) 代理人 100063897

弁理士 古谷 馨 (外3名)

審査官 福田 由紀

(56) 参考文献 特開 平4-212173 (J P, A)

特開 平4-240659 (J P, A)

特開 平2-282760 (J P, A)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非磁性一成分トナー

1

2

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 圧接部材を押し付けられることにより帯電し現像に用いられる非磁性一成分トナーであって、該*

ふるい目 250 μm のふるいに残ったトナーの重量% $\times 1$ … (a)

ふるい目 149 μm のふるいに残ったトナーの重量% $\times 0.6$ … (b)

ふるい目 74 μm のふるいに残ったトナーの重量% $\times 0.2$ … (c)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、電子写真、静電記録等に於いて光半導体上に形成された潜像を可視画像化するために用いられる粉体トナーの中でも、特に、小型プリンター、普通紙ファックス等に都合良く用いられる、非磁性一成分現像法に適したトナーに関する。

【0002】

【従来の技術】 電子写真、静電記録等に於いて光半導体

* トナーに対し $1.0 \times 10^5 \text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ の圧力をかけた後の下記式 (a) ~ (c) の計算値の和として定義される凝集度が15%以下であることを特徴とする非磁性一成分トナー。

上に形成された静電潜像を粉体トナーにより可視画像化する方法として、着色微粉体であるトナーと、トナーに電荷を付与し磁力によりトナーを静電潜像部に搬送する為に用いられるキャリアとの二成分よりなる現像剤を用いる二成分磁気ブラシ現像法が従来最も都合良く用いられてきた。しかしながら、二成分磁気ブラシ現像法は現像剤の搬送に磁力を用いるため、現像ロール中に磁石が必要であり、キャリアも鉄粉・ニッケル粉・フェライト等、金属もしくはその酸化物である為、現像器及び現像

剤が重くなり記録装置の小型軽量化を阻害する原因となる。

【0003】また一方、例えば、米国特許第3,909,258号及び同第4,121,931号に提案されている様に、キャリアを用いずトナー内部に磁性体を内包させトナーの有する磁力によりトナーを静電潜像部に搬送する磁性一成分現像法も従来よりよく用いられてきた。しかしながら、この現像法も現像ロール内部には磁石が必要であり現像装置の軽量化という観点からは不利である。

【0004】これらの現像法の上記問題点を解消するために、米国特許第2,895,847号、同第3,152,012号、特公昭41-9475号、同45-2877号、同54-3624号等に記載されている磁性粉を含有しないトナーのみを使用する非磁性一成分現像法の検討・改良が近年盛んになされてきている。しかしながら、非磁性一成分現像法において、トナーは圧接部材を通過する瞬間のみにしか電荷を付与され得ないため、トナーの帯電制御はきわめて困難なものとなっている。かかる問題点を解決するために、特開昭59-231549号等に示されるが如く、特殊な表面処理を施したシリカ微粉体をトナー表面に添加したり、特開昭63-226666号に提案されているように、特殊な帯電制御剤が用いられたりする。一方、トナーと圧接部材との接触効率の改善も重要であり、特開昭64-77075号、特開平3-294864号等にみられるように種々の外添剤が検討されている。また、粒径の大きなトナーによる粒径の小さなトナーの帯電阻害を防止する目的で特開昭63-279261号のように粒径分布の検討もなされている。しかしな*

- ふるい目 250 μm のふるいに残ったトナーの重量% $\times 1$ …(a)
 ふるい目 149 μm のふるいに残ったトナーの重量% $\times 0.6$ …(b)
 ふるい目 74 μm のふるいに残ったトナーの重量% $\times 0.2$ …(c)

本発明において加圧は、直径59mmの錠剤成型器に2gのトナーを秤量し、30kg重の重りを1分間、上からのせる事により与えた。

【0009】尚、凝集度の測定に関しては、ホソカワミクロン(株)製パウダテスタを用いて、ふるい目が250 μm のふるいを上に、ふるい目が149 μm のふるいを中に、ふるい目が74 μm のふるいを下にセットして、加圧されたトナー2gを、1分間振幅1mmの振動を台に与えて測定を行った。

【0010】本発明において、トナーの凝集度を15%以下にする方法は特に限定されないが、凝集度を下げる因子としては、

- ① ワックス分の添加を多くする
- ② トナーの粒径をコントロールする
- ③ 結着樹脂の種類を選択する

等の方法があり、これらの点を考慮にいれてトナーの組成や粒径を適宜選択する。具体的にはトナー粒径に応じたワックスの添加量と結着樹脂を選択する。

【0011】本発明に使用されるトナーの組成としては従来より公知である材料が使用可能である。本発明に使

*がら、上記手法により初期的には良好な画像を提供するトナーも繰り返し複写を行いトナーの補給を繰り返すと圧接部材上で、トナーが摩擦されることにより、その部材に融着するなどの問題がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、前記の問題点を解決し、非磁性一成分現像法に対し現像性及びその経時安定性に優れたトナーを提供し、またそのトナーを使用することにより、現像機各部位を劣化させることなく、適正な画像濃度の地かぶりの無い高品位な複写画像を安定に提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記に挙げた問題点を解決すべく鋭意検討した結果、 $1.0 \times 10^5 \text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ の圧力をかけた後の凝集度が、特定の値以下である非磁性一成分トナーを用いることにより、現像性及びその経時安定性に優れたトナーが得られることを見出し本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明は、圧接部材を押し付けられることにより帯電し現像に用いられる非磁性一成分トナーであって、該トナーに対し $1.0 \times 10^5 \text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ の圧力をかけた後の下記式(a)~(c)の計算値の和として定義される凝集度(以下、単に凝集度と略記する)が15%以下であることを特徴とする非磁性一成分トナーを提供するものである。

【0008】

用されるトナーの結着樹脂としては、スチレン、クロルスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類：エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレン等のモノオレフィン類：酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、安息香酸ビニル、酪酸ビニル等のビニルエステル類：アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸ブチル、アクリル酸オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸フェニル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸ドデシル等の α -メチレン脂肪族モノカルボン酸のエステル類：ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルブチルエーテル等のビニルエーテル類：ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類等の単独重合体あるいは共重合体が挙げられる。また更には、天然及び合成ワックス類、ポリエステル、ポリアミド、エポキシ樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタン、シリコン系樹脂、フッ素系樹脂、石油樹脂等を用いる事ができる。中でも好ましくはポリエステル樹脂である。

【0012】また、トナーに使用される着色剤として

は、カーボンブラック；C.I.ピグメント・イエロー1、同3、同74、同97、同98等のアセト酢酸アリールアミド系モノアゾ黄色顔料；C.I.ピグメント・イエロー12、同13、同14、同17等のアセト酢酸アリールアミド系ジスアゾ黄色顔料；C.I.ソルベント・イエロー19、同77、同79、C.I.ディスパース・イエロー164等の黄色染料；C.I.ピグメント・レッド48、同49：1、同53：1、同57、同57：1、同81、同122、同5等の赤色もしくは紅色顔料；C.I.ソルベント・レッド49、同52、同58、同8等の赤色系染料；C.I.ピグメント・ブルー15：3等の銅フタロシアニン及びその誘導体の青色系染料；C.I.ピグメント・グリーン7、同36（フタロシアニン・グリーン）等の緑色顔料等が使用可能である。これらの染料は、単独で用いても2種以上混合して用いても良い。

【0013】また更に、トナーに使用できる帯電制御剤としては、負帯電トナー用として、クロム・アゾ錯体染料、鉄アゾ錯体染料、コバルト・アゾ錯体染料、サリチル酸もしくはその誘導体のクロム・亜鉛・アルミニウム・ほう素錯体もしくは塩化合物、ナフトール酸もしくはその誘導体のクロム・亜鉛・アルミニウム・ほう素錯体もしくは塩化合物、ベンジル酸もしくはその誘導体のクロム・亜鉛・アルミニウム・ほう素錯体もしくは塩化合物、長鎖アルキル・カルボン酸塩、長鎖アルキル・スルホン酸塩などの界面活性剤類を、正帯電トナー用として、ニグロシン染料及びその誘導体、トリフェニルメタン誘導体、四級アンモニウム塩、四級ホスホニウム塩、四級ビリジニウム塩、グアニジン塩、アミジン塩等の誘導体等が例示可能である。

【0014】また、トナー中には、フェライト等の磁性体、導電性調整剤、酸化錫、シリカ、アルミナ、ジルコ*30

ポリエステル樹脂1	100部
(酸価=22mgKOH/g、水酸基価=26mgKOH/g、ガラス転移点=65℃、重量平均分子量=22万)	
カーボンブラック	3部
クロム・アゾ錯体	1.5部
低分子量ポリプロピレン・ワックス	2部

上記組成を予備混合し加圧ニーダーで混練した後、粉碎分級して、トナーの平均粒径を13.5 μ mにしたもの100部に対し、疎水性シリカ0.2部を高速攪拌機を用い混合※

ポリエステル樹脂1	100部
カーボンブラック	3部
クロム・アゾ錯体	1.5部
低分子量ポリプロピレン・ワックス	2部

上記組成を予備混合し加圧ニーダーで混練した後、粉碎分級して、トナーの平均粒径を10.8 μ mにしたもの100部に対し、疎水性シリカ0.3部を高速攪拌機を用い混合★

ポリエステル樹脂1	100部
カーボンブラック	3部
クロム・アゾ錯体	1.5部
低分子量ポリプロピレン・ワックス	3部

*ニア、チタニア、酸化亜鉛等の金属酸化物、体質顔料、繊維状物質等の補強充填剤、酸化防止剤、離型剤等が必要に応じて加えられても良い。

【0015】更に、トナー表面には、流動性を調整し現像ロール上へのトナー搬送を制御するためや、感光体上へのトナー・フィルミングを防止したり、感光体上の残留トナーのクリーニング性を向上させるために各種添加剤が添加される。これらの添加剤としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、酸化錫、酸化亜鉛等の無機酸化物、アクリル酸エステル類、メタクリル酸エステル類、スチレン等の単独もしくは共重合体樹脂微粒子、フッ素樹脂微粒子、シリコン樹脂微粒子、ステアリン酸等の高級脂肪酸及びその金属塩、カーボンブラック、フッ化黒鉛、炭化珪素、窒化ほう素等が挙げられる。本発明のトナーの製造方法としては、混練粉碎法、スプレイドライ法、重合法等の従来より公知の製造法が使用可能である。

【0016】

【作用・効果】本発明のトナーを用いた場合、圧着部材による加圧でトナーが凝集しにくく、現像ローラー、帯電部材等にトナーが融着することがない。そのため、本発明のトナーを用いると連続複写によっても、かぶりのない解像力に優れた良好な画像が安定して得られる。

【0017】

【実施例】以下に本発明の実施例を記載するが、本発明は勿論これらの実施例に限定されるものではない。なお、例中、部と表示するものは、特にことわりない限り重量部を表す。

【0018】実施例1

※しトナーとした。

【0019】実施例2

★しトナーとした。

【0020】実施例3

上記組成を予備混合し加圧ニーダーで混練した後、粉碎
分級して、トナーの平均粒径を $8.5\mu\text{m}$ にしたもの 100
部に対し、疎水性シリカ 0.5部を高速攪拌機を用い混合*

※しトナーとした。
【0021】比較例1
スチレン／ノルマルブチルメタクリレート共重合体 60部
(スチレン：ノルマルブチルメタクリレート=65：35 (モル比)、
ガラス転移点=65℃、重量平均分子量=29万)
スチレン／ノルマルブチルメタクリレート共重合体 40部
(スチレン：ノルマルブチルメタクリレート=70：30 (モル比)、
ガラス転移点=68℃、重量平均分子量=16万)
カーボンブラック 4部
クロム・アゾ錯体 1.5部
低分子量ポリプロピレン・ワックス 3部

上記組成を予備混合し加圧ニーダーで混練した後、粉碎
分級して、トナーの平均粒径を $13.5\mu\text{m}$ にしたもの 100
部に対し、疎水性シリカ 0.2部を高速攪拌機を用い混合※

※しトナーとした。
【0022】比較例2
ポリエステル樹脂1 100部
カーボンブラック 3部
クロム・アゾ錯体 1.5部
低分子量ポリプロピレン・ワックス 2部

上記組成を予備混合し加圧ニーダーで混練した後、粉碎
分級して、トナーの平均粒径を $8.4\mu\text{m}$ にしたもの 100
部に対し、疎水性シリカ 0.5部を高速攪拌機を用い混合
しトナーとした。

【0023】実施例1～3、比較例1および2のトナー
について、 $1.0 \times 10^5 \text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ の圧力をかけた後の凝集度を
測定した。その結果を表1に示す。加圧は、直径59mmの
錠剤成型器に2gのトナーを秤量し、30kg重の重りを1
分間、上からのせる事により与えた。

【0024】

【表1】

【0025】実施例1～3、比較例1および2のトナー
を、(株)東芝製COPPIX TF58HW改造機を使用し、トナー
を補給しながら12,000枚の連続実写テストを行い、テスト
前後の画像濃度および感光体上のかぶりの測定結果を
表2に示した。

【0026】

【表2】

トナー	凝集度 (%)
実施例1	8.07
実施例2	12.75
実施例3	12.26
比較例1	17.84
比較例2	16.83

トナー	初期評価		12,000枚複写後評価		
	画像濃度 ¹⁾	感光体かぶり ²⁾	画像濃度	感光体かぶり	圧着部材への融着状態 ³⁾
実施例1	1.42	-1.3	1.40	-1.3	○
実施例2	1.38	-0.87	1.37	-1.3	○
実施例3	1.38	-1.5	1.36	-2.4	○
比較例1	1.42	-1.7	1.02	-9.8	×
比較例2	1.43	-1.8	1.21	-9.7	△

【0027】注

1) マクベス濃度計にて測定

2) 感光体上の画像をメンディング・テープに写し取り、色差計CR-221(ミノルタカメラ(株)製)でY値を測定し、もとのテープのY値との差で示した。

【0028】3) 圧着部材への融着状態

○: トナーの融着は見られない。

△: トナーの融着が若干みられる。

* ×: トナーの融着が甚だしい。

【0029】表2に示すとおり、本発明のトナーが12,000枚の連続プリントを行っても安定に良好な画像を提供したのに対し、 $1.0 \times 10^5 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$ の圧力を1分間かけた後の凝集度が15%をこえるトナーは、連続プリントにより画像濃度が著しく低下し、白スジが発生し、感光体かぶりが増加した。比較例1および2のトナーは、感光体上のみならずプリント紙上にもかぶりが認められた。

20

*

フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl.7, DB名)

G03G 9/08